

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international(43) Date de la publication internationale
29 avril 2004 (29.04.2004)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2004/035190 A1(51) Classification internationale des brevets⁷ :

B01F 11/02, 3/08, 11/00

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/FR2003/003035

(22) Date de dépôt international :

15 octobre 2003 (15.10.2003)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(30) Données relatives à la priorité :

02/12803

15 octobre 2002 (15.10.2002)

FR

(71) Déposant et

(72) Inventeur : ARNAUD, Christophe [FR/FR]; 4, rue Bré-
montier, F-75017 Paris (FR).(74) Mandataire : LAGET, Jean-Loup; Cabinet Peuscet, 78,
avenue Raymond-Poincaré, F-75116 Paris (FR).(81) États désignés (*national*) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ,
BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ,
DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,
MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE,
SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ,
VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.(84) États désignés (*régional*) : brevet ARIPO (GH, GM, KE,
LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet
eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet
européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,
FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK,
TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

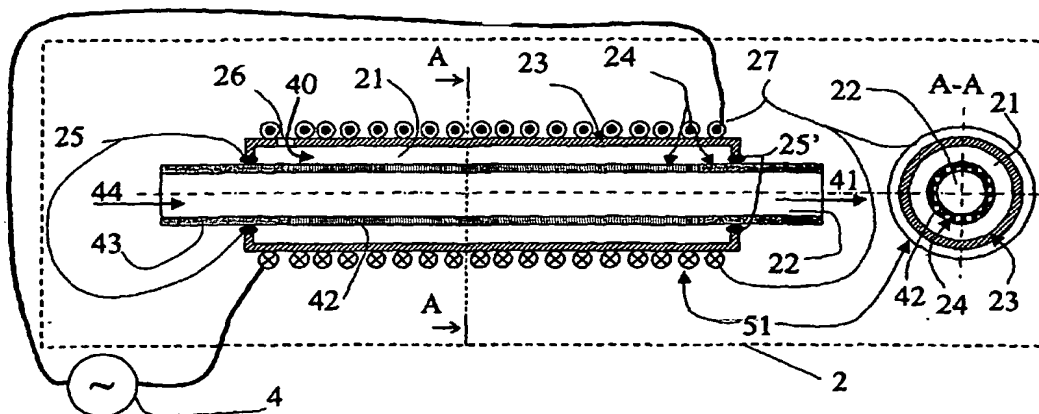
Publiée :

— avec rapport de recherche internationale
— avant l'expiration du délai prévu pour la modification des
revendications, sera republiée si des modifications sont re-
çues

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR MAKING A DISPERSION OR AN EMULSION

(54) Titre : PROCÉDE ET DISPOSITIF DE FABRICATION D'UNE DISPERSION OU D'UNE EMULSION



(57) Abstract: The invention concerns a method and a device for making a dispersion or an emulsion (41) from at least two fluids known to be immiscible, said fluids constituting a dispersed phase (40) and a dispersing phase (44), the dispersed phase (40) being driven through a porous body (24) into the dispersing phase (44). The invention is characterized in that said porous body (24) is vibrated by a mechanical, electrical or magnetic excitation.

(57) Abrégé : Procédé et dispositif de fabrication d'une dispersion ou d'une émulsion (41) à partir d'au moins deux fluides réputés non miscibles, lesdits fluides constituant une phase dispersée (40) et une phase dispersante (44), ladite phase dispersée (40) étant poussée à travers un corps poreux (24) dans la phase dispersante (44), caractérisé en ce que ledit corps poreux (24) est mis en vibration par une excitation de nature mécanique, électrique ou magnétique.

WO 2004/035190 A1



En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

PROCÉDÉ ET DISPOSITIF DE FABRICATION D'UNE DISPERSION OU D'UNE ÉMULSION

- OBJET ET DOMAINE DE L'INVENTION -

La présente invention concerne un dispositif et un procédé de fabrication d'une dispersion ou d'une émulsion d'au moins deux fluides réputés non miscibles. La fabrication d'une dispersion ou d'une émulsion est le mélange de deux fluides non miscibles dans lequel l'un de ces fluides (appelé « phase dispersée ») est dispersé sous forme de gouttelettes dans l'autre fluide (appelé « phase dispersante »). De la taille des gouttelettes dépendent de nombreuses propriétés, et de façon générale plus cette taille est faible et homogène plus la dispersion est intéressante : plus les gouttelettes sont petites plus la dispersion est stable ; dans le cas classique où la phase dispersée est le vecteur d'un principe actif, plus petites sont les gouttes, meilleure est la diffusion du principe actif.

- ÉTAT DE LA TECHNIQUE -

Pour obtenir une certaine finesse de gouttes, il est connu d'utiliser une action mécanique d'agitation, en particulier par l'utilisation d'agitateurs à mobile tournant, d'appareils rotor – stator, d'appareils à pression, d'homogénéisateurs et autres appareils à jet, d'appareils à ultrasons, d'appareils d'émulsification membranaire.

Les agitateurs à mobile tournant sont les plus anciens, on en connaît bien le fonctionnement et les effets mécaniques ; de nombreuses études sur l'influence de la géométrie des récipients et mobiles, ainsi que des vitesses d'agitations ont été réalisées. L'énergie mécanique dispensée est très inhomogène et les puissances volumiques limitées. De plus, l'effet mécanique n'est concentré qu'aux extrémités du mobile.

Dans les systèmes rotor-stator on met en rotation une couronne par rapport à une autre et on fait passer le fluide à traiter entre les surfaces se faisant face, de ces deux couronnes. Ainsi la différence de vitesse entre les couronnes crée un cisaillement que l'on optimise en diminuant la distance entre les deux couronnes. Il existe de nombreuses géométries des appareils rotor-stator, certains systèmes comprennent plusieurs rangées de couronnes. Ces systèmes répandus dans l'industrie sont notamment adaptés aux dispersions de forte viscosité.

Les appareils à pression, les homogénéisateurs, les appareils connus sous le nom Microfluidizer (marque déposée) et autres appareils à jet font l'objet des évolutions les plus récentes. Le principe en est la mise sous pression (jusqu'à 200 MPa) d'un fluide, qui est généralement
5 une pré-dispersion suivie d'une détente brutale dans une tête adaptée, apportant ainsi au fluide une énergie mécanique importante. Les homogénéisateurs possèdent une tête formée d'une ouverture, d'un clapet et de plaques d'impact. Le principe du Microfluidizer (marque déposée) est de séparer le flux principal et ensuite de créer une collision
10 des flux secondaires. On citera également un système basé sur la mise sous pression de la phase dispersée, sa détente brutale en un jet cohérent et enfin sa mise en contact avec la phase dispersante. Les dispositifs basés sur ces principes sont confrontés aux limites de résistance des équipements (forte usure, risque de rupture d'un matériel sous fortes
15 contraintes). De plus, le principe même de détente provoque un échauffement du fluide qui peut être préjudiciable pour le produit final.

Les ultrasons constituent également un moyen d'exercer une action mécanique à l'interface des deux phases. Plusieurs types de générateurs d'ultrasons existent : les premiers appelés transducteurs
20 transforment un signal électrique oscillant en vibration ultrasonore ; les seconds appelés sifflets transforment l'énergie d'un jet fluide en vibrations ultrasonores, sur le principe d'une lame vibrante ou d'une cavité résonnante.

Plusieurs effets sont associés aux ultrasons :

- 25 - L'agitation (micro-courants) provoquée par les oscillations mécaniques ;
- Les variations de pression dans le milieu soumis aux ultrasons ;
- La cavitation, phénomène de création, oscillation et
30 implosion de bulles, qui libère une énergie très importante ;

L'avantage de tels systèmes est d'arriver à des énergies volumiques très élevées. Cependant l'énergie est apportée de façon très inhomogène et le phénomène de cavitation n'est pas encore complètement décrit par la théorie, ce qui oblige dans le développement
35 de dispositifs et de procédés à adopter des approches essentiellement empiriques.

Un autre système de fabrication d'émulsion est l'émulsification membranaire: on pousse au travers d'un corps poreux la phase dispersée qui forme des gouttes à la surface de ce corps, l'écoulement de phase dispersante à la surface du corps poreux permet l'entraînement des gouttes. L'énergie transmise à l'interface est limitée par les pertes dues aux frottements dans la phase dispersante ; en conséquence les gouttes entraînées sont de taille plus élevée (environ de 4 à 5 fois la taille de pore) et un phénomène de coalescence à la surface du corps poreux se produit augmentant la taille des gouttes et l'inhomogénéité des populations de gouttes. Le phénomène de coalescence intervient quand au moins deux gouttes formées sur des pores voisins se regroupent pour n'en former qu'une. Une solution à ce dernier phénomène perturbateur est envisagée dans les brevet JP2-214537. Elle consiste en l'ajout d'une irradiation ultrasonore du corps poreux. L'onde générée par un système standard de lavage est transmise par voie fluide. Avec une source ultrasonore de moyenne intensité l'agitation ainsi créée inhibe la coalescence mais avec une énergie plus intense on se retrouve dans une configuration d'une machine de dispersion à ultrasons standard, avec les pertes mécaniques et une inhomogénéité des effets.

De façon générale, tous ces dispositifs présentent l'inconvénient plus ou moins prononcé de requérir un apport global d'énergie très important par rapport à l'énergie utile au niveau microscopique (rendement inférieur à 10%). Ceci s'explique par le fait que l'énergie mécanique est transmise par les fluides jusqu'à l'interface, engendrant des pertes par frottement fluide plus de dix fois supérieures à l'énergie utile. Cette déperdition d'énergie se traduit en général par une élévation de température importante, ou un matériel que l'on fait travailler à ses limites pour obtenir des effets satisfaisants. De plus les volumes dans lesquels est apportée l'énergie mécanique sont supérieurs à 10^{-10} m^3 pour des actions sur des volumes utiles (taille de particules en dispersion, cellules...) classiquement de l'ordre de 10^{-18} m^3 . Au regard de la différence d'échelle, les dispositifs utilisés ne peuvent assurer l'homogénéité de l'action mécanique, de ses effets et donc du produit obtenu.

- EXPOSÉ DE L'INVENTION -

L'invention a pour but de proposer un procédé de fabrication d'une dispersion ou d'une émulsion d'au moins deux fluides réputés non miscibles qui évite les inconvénients précités et qui permette la fabrication d'une émulsion ou d'une dispersion homogène à gouttes fines.

L'invention a aussi pour but de proposer un dispositif mettant en œuvre ce procédé, en exerçant une action mécanique directement à l'interface des deux phases, ce qui permet d'obtenir des dispersions plus fines et plus homogènes avec un meilleur rendement énergétique.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de fabrication d'une dispersion ou d'une émulsion à partir d'au moins deux fluides réputés non miscibles constituant une phase dispersée et une phase dispersante, la phase dispersée étant poussée à travers un corps poreux dans la phase dispersante, caractérisé en ce que ledit corps poreux est mis en vibration par une excitation de nature mécanique, électrique ou magnétique.

De préférence, la phase dispersante circule à la surface de sortie du corps poreux.

Selon une variante du procédé, l'on fait re-circuler l'émulsion dans le corps poreux qui se charge en phase dispersée au cours du processus.

De manière préférentielle, les fréquences et/ou la puissance des vibrations sont contrôlées.

Avantageusement, l'on ajoute un émulsifiant dans au moins l'une des deux phases.

De préférence, la phase dispersée est poussée à travers le corps poreux dans des conditions de température, de pression, de débit, de composition et d'agitation contrôlées.

Avantageusement, la phase dispersante circule à la surface du corps poreux dans des conditions de température, de pression, de débit, de composition et d'agitation contrôlées.

Dans une autre variante de ce procédé on superpose à l'excitation aux fréquences générant les vibrations du corps poreux, une onde dans les fréquences des micro-ondes entraînant l'échauffement du corps poreux.

Préférentiellement, le procédé consiste à utiliser ladite dispersion ou émulsion pour fabriquer des produits cosmétiques, dermo-pharmaceutiques ou pharmaceutiques.

L'invention a également pour objet un dispositif pour la
5 fabrication d'une dispersion ou d'une émulsion à partir d'au moins un fluide comprenant au moins :

- un corps poreux ayant une partie poreuse au travers de laquelle est apte à être poussée ledit fluide, ledit corps poreux ayant une cavité dite interne,

- 10 - une enveloppe entourant de manière étanche au moins ladite partie poreuse de façon à définir une cavité dite externe dans laquelle débouche ladite partie poreuse, ledit fluide étant apte à être amené dans ladite cavité externe,
caractérisé en ce qu'il comporte un système de mise en vibration du
15 corps poreux pour appliquer directement les vibrations au corps poreux.

Au sens de l'invention, « directement » est utilisé dans le sens ou, contrairement à l'art antérieur, les vibrations ne sont pas essentiellement transmises via l'un des fluides.

Au sens de l'invention, le dispositif peut être appliqué à la
20 fabrication d'une émulsion ou d'une dispersion à partir de deux fluides réputés non miscibles ou à l'homogénéisation d'une émulsion ou d'une dispersion à partir d'un même fluide.

De préférence le dispositif comprend un système d'alimentation dudit fluide capable de fournir ledit fluide dans la cavité
25 externe dans des conditions de température, de pression, de débit, de composition et d'agitation contrôlées.

Avantageusement le dispositif comprend un système d'alimentation d'un autre fluide capable de fournir cet autre fluide dans ladite cavité interne dans des conditions de température, de pression, de
30 débit, de composition et d'agitation contrôlées.

De manière préférentielle, le dispositif comprend un système de soutirage permettant l'évacuation, et le stockage ou la transmission de l'émulsion ou de la dispersion vers un autre système ou encore la re-circulation de l'émulsion ou de la dispersion.

35 Selon un mode de réalisation, le système de mise en vibration du corps poreux est constitué d'un bobinage relié à une source de

courant alternatif entourant l'enveloppe perméable aux ondes magnétiques générées par le bobinage, le corps poreux étant réalisé en matériau magnétostrictif.

5 Selon un autre mode de réalisation, le système de mise en vibration du corps poreux est constitué d'un tige conductrice disposée coaxialement au corps poreux, d'une enveloppe conductrice, ladite tige conductrice et ladite enveloppe étant reliées à une source de courant alternatif, le corps poreux étant constitué d'un matériau piézoélectrique.

10 Préférentiellement, la tige conductrice et/ou la surface du corps poreux sont recouvertes d'un isolant.

Selon encore un autre mode de réalisation, le système de mise en vibration du corps poreux est constitué de deux transducteurs fixés aux extrémités du corps poreux et reliés à une source de courant alternatif, lesdits transducteurs étant constitués d'un matériau
15 piézoélectrique.

Avantageusement, chaque transducteur comporte un moyen de support fixé à l'enveloppe comportant un évidement dans lequel est positionnée une extrémité du corps poreux, ledit moyen de support comportant au moins une paire de trous radiaux, chaque paire contenant
20 un élément piézoélectrique dans un trou et un moyen élastique de sollicitation dans l'autre trou de la même paire pour maintenir l'élément piézoélectrique en appui contre le corps poreux, les trous d'une même paire étant diamétralement opposés.

De manière préférentielle, le moyen de support comporte deux
25 paires de trous, les deux paires de trous étant disposés dans des directions perpendiculaires, et les deux éléments piézoélectriques sont alimentés par des signaux décalés d'un quart de période l'un par rapport à l'autre, et, en association avec les ressorts de précontrainte, engendrent un déplacement du corps poreux selon une trajectoire globalement
30 circulaire.

- BRÈVE DESCRIPTION DES DESSINS -

L'invention sera mieux comprise, et d'autres buts, détails, caractéristiques et avantages de celle-ci apparaîtront plus clairement au cours de la description explicative détaillée qui va suivre, de plusieurs
35 modes de réalisation de l'invention donnés à titre d'exemples purement

illustratifs et non limitatifs, en référence aux dessins schématiques annexés.

Sur ces dessins :

5 - la figure 1 représente une coupe longitudinale d'un module contenant le corps poreux et un moyen d'excitation magnétique, et une coupe selon l'axe A-A de ce module ;

- la figure 2 est une coupe longitudinale d'un module contenant le corps poreux et un moyen d'excitation électrique, et une coupe selon l'axe A-A de ce module ;

10 - la figure 3 est une coupe longitudinale d'un module contenant le corps poreux et un moyen d'excitation mécanique, et une coupe selon l'axe A-A de ce module ;

- la figure 4 est une représentation schématique d'une mise en œuvre de l'invention ;

15 - la figure 5 est une représentation schématique d'une mise en œuvre de l'invention avec re-circulation de l'émulsion ou de la dispersion ;

- la figure 6 est une représentation schématique détaillée du dispositif présenté sur la figure 5 ;

20 - la figure 7 est une coupe longitudinale d'un module contenant le corps poreux et un moyen d'excitation mécanique selon un second mode de réalisation ;

- la figure 8 est une vue en perspective d'un manchon de raccord ;

25 - la figure 9 est une coupe selon l'axe IX de la figure 7 d'un module contenant le corps poreux et un moyen d'excitation mécanique ; et

- la figure 10 est un diagramme présentant les résultats de l'exemple d'application.

30 - DESCRIPTION -

Sur les figures 1, 2, 3 et 7 le dispositif se présente sous forme de module actif 2, 102 et 202.

Selon la figure 1, ce module 2 est composé d'un corps poreux 24, d'un bobinage 27 et d'une enveloppe 23.

35 Le corps poreux 24 est sous forme d'un cylindre creux dont la partie poreuse 42 centrale est comprise dans l'enveloppe 23 de forme

cylindrique coaxiale au corps poreux 24. L'espace compris entre le corps poreux 24 et l'enveloppe 23 définit une cavité externe 21.

L'enveloppe 23 est reliée aux extrémités 43 du corps poreux 24 par un système d'étanchéité 25 et 25'. Une cavité interne 22 est également définie à l'intérieur du corps poreux 24.

Le bobinage 27 relié à une source de courant alternatif 4 de puissance et fréquence réglables, produit un champ magnétique oscillant. Le corps poreux 24 est réalisé dans un matériau magnétostrictif et l'enveloppe 23 dans un matériau perméable aux ondes magnétiques produites par le bobinage 27.

La phase dispersée 40 est amenée par l'orifice 26 dans la cavité externe 21, puis elle est poussée au travers de la partie poreuse 42 jusqu'à la cavité interne 22, au niveau de la surface dite de sortie où elle sera mise en contact avec la phase dispersante 44 circulant de l'extrémité 43 gauche du corps poreux vers celle de droite. La mise en contact de la phase dispersée 40 sous forme de gouttelettes après passage au travers de la partie poreuse 42 et de la phase dispersante 44 est à la base de l'émulsion ou de la dispersion 41.

L'enveloppe 23 a pour rôle de comporter la phase dispersée 40 qui sera poussée au travers du corps poreux 24 et permettre les vibrations du corps poreux 24 sans dégradation de celui-ci.

Le système d'étanchéité 25 et 25' pourra être avantageusement composé de deux joints souples assurant à la fois l'étanchéité et la mobilité du corps poreux par rapport à l'enveloppe 23.

Le mode de réalisation représenté sur la figure 1 est un système de mise en vibration 51 par excitation magnétique c'est-à-dire que le système 51 est composé de la source de courant alternatif 4 reliée au bobinage 27 dont la géométrie permet d'exercer sur le corps poreux 24 un champ magnétique alternatif.

Le corps poreux 24 ainsi soumis à un champ magnétique oscillant vibre et exerce sur l'interface des deux phases 40 et 44, l'action mécanique recherchée. Par cette action mécanique produite à l'interface des phases 40 et 44, les gouttelettes ainsi formées sont séparées rapidement du pore d'où elles proviennent et se mélangent à la phase dispersante 44 avec une taille de gouttelette très petite.

Le mode de réalisation représenté sur la figure 2, illustre un système de mise en vibration 151 par excitation électrique.

Les éléments identiques porteront les mêmes références et ne seront pas à nouveau décrits.

5 Le module actif 102 diffère de celui présenté sur la figure 1 seulement par le système de mise en vibration.

Le système de mise en vibration 151 comprend alors une source de courant alternatif 4 reliée à des surfaces conductrices entre lesquelles on place le corps poreux 24.

10 Les surfaces conductrices sont constituées par la couche conductrice 46 de l'enveloppe 23 et une tige conductrice 28 placée coaxialement au cylindre formé par le corps poreux 24. Chacune des surfaces conductrices 46 et 28 est reliée à une borne d'une source de courant alternatif 4 de puissance et fréquence réglables créant un champ
15 électrique oscillant.

La tige conductrice 28 est réalisée dans un matériau conducteur avantageusement recouvert d'une couche isolante 45, de même que l'enveloppe 23 comprend au moins une couche conductrice 46 avantageusement recouverte d'un isolant 47 (représenté par le trait noir
20 épais définissant le contour de la cavité externe 21).

Le corps poreux 24 réalisé dans un matériau piézo-électrique et soumis à ce champ, vibre et exerce ainsi à l'interface des phases dispersée 40 et dispersante 44, l'action mécanique recherchée.

Le mode de réalisation représenté sur la figure 3, illustre un
25 système de mise en vibration 251 par excitation mécanique.

Les éléments identiques porteront les mêmes références et ne seront pas à nouveau décrits.

Le module actif 202 diffère de celui présenté sur les figures 1 et 2 seulement par le système de mise en vibration.

30 Le système de mise en vibration 251 comprend alors une source de courant alternatif 4 et 4' reliée à un ou plusieurs vibrateurs mécaniques couplés (liaison mécanique) avec le corps poreux 24, pouvant être avantageusement des transducteurs 29 et 29' en forme de collier fixés aux extrémités 43 du corps poreux 24.

35 Ces transducteurs 29 et 29' transmettent directement les vibrations au corps poreux 24. Dans ce cas, le système formé par les

transducteurs 29 et 29' et le corps poreux 24 forme un oscillateur exerçant ainsi à l'interface des phases dispersée 40 et dispersante 44, l'action mécanique recherchée.

Un mode de réalisation particulier des transducteurs 290 et 290' en forme de collier est représenté sur les figures 7 et 9.

D'après la figure 7, les transducteurs 290 et 290' sont placés au niveau de chaque extrémité 43 du corps poreux 24 de manière fixe contre l'enveloppe 23 et le système d'étanchéité 25 et 25'.

Les transducteurs 290 et 290' sont formés d'un moyen de support 291 et 291' par exemple sous forme de collier octogonal comportant un évidement 52 coaxial à l'axe X et selon la figure 9, deux trous taraudés radiaux 293a et 293b. L'extrémité 43 du corps poreux 24 est emboîtée dans un manchon de raccord 292 ou 292' lui même placé dans l'évidement coaxial 52.

Ce manchon de raccord 292, d'après la figure 8 est une pièce façonnée composée d'un cylindre creux traversant un cube de largeur supérieure au diamètre externe du cylindre au niveau de sa portion médiane c'est à dire qu'au niveau de la portion médiane du manchon 292, la section se présente sous la forme d'un carré évidé d'un cercle correspondant au diamètre interne du cylindre. L'extrémité 43 du corps poreux 24 est placée de manière fixe dans le manchon 292 de manière que le manchon 292 transmette le mouvement qui lui est appliqué au corps poreux 24.

Selon la figure 9, dans chaque trou 293a et 293b est placé un élément piézo-électrique 294 et un ressort de précontrainte 295 de part et d'autre du manchon de raccord 292. Quatre vis de réglage 296a, 296b, 296c et 296d obturent les extrémités de chaque trou 293a et 293b. Les ressorts de précontrainte 295 sont précontraints en compression au moyen des quatre vis 296a, 296b, 296c et 296d précitées.

Les éléments piézo-électriques 294 sont alimentés par deux signaux électriques périodiques en quadrature l'un par rapport à l'autre (i.e. : décalage d'un quart de période) et subissent une elongation proportionnelle à la tension d'alimentation. Ils agissent en traction et en compression perpendiculairement à l'axe du corps poreux 24 générant ainsi des modes de vibration des extrémités 43 du corps poreux 24 entraînant sa flexion. Comme le signal d'entrée est rarement pur, c'est à

dire qu'il comporte en outre le signal principal à une fréquence donnée, d'autres signaux secondaires à d'autres fréquences, les mouvements alors décrits par les sections transversales du corps poreux 24 sont composés d'une somme de trajectoires circulaires (correspondant
5 chacune à une fréquence du signal d'entrée), garantissant sur une section une trajectoire globale circulaire. En outre, les deux signaux d'entrée sur les deux éléments piézoélectriques sont identiques au quart de période près, pour assurer que chaque point du corps poreux 24 au niveau d'une section transversale donnée subisse les mêmes vibrations et garantir ainsi
10 une homogénéité d'action mécanique.

Les transducteurs 290 et 290' sont alimentés par des signaux de fréquences distinctes correspondant chacun à un mode propre du système. Ceci permet une optimisation et un bon contrôle de la génération des vibrations, tout en évitant les nœuds de vibration où
15 l'action mécanique serait absente.

Dans le mode de mise en œuvre de l'invention représenté sur la figure 4, le dispositif comprend un module actif 2 relié par la canalisation 5 au système d'alimentation 1 en phase dispersée 40, par la canalisation 7 au système d'alimentation 8 en phase dispersante 44 et par
20 la canalisation 6 au système de soutirage 3. Le module actif 2 est également relié à une source de courant alternatif 4.

La source de courant alternatif 4 apporte au module actif 2 l'énergie nécessaire à la génération de l'action mécanique nécessaire à la génération de fines gouttelettes. Le système de soutirage 3, relié au
25 module actif 2 par la canalisation 6 permet l'évacuation de l'émulsion ou de la dispersion 41 du corps poreux 24.

Une variante de cette mise en œuvre, représentée sur la figure 5 comprend les mêmes éléments que dans le mode de mise en œuvre précédent à part qu'une canalisation 17 relie le système de soutirage 3 au
30 module 2. Le système de soutirage 3 permet alors le retour de l'émulsion ou de la dispersion 41, créant ainsi une re-circulation.

Selon la figure 6, dans cette variante de mise en œuvre le système de soutirage 3, est composé d'au moins un réservoir 30 et d'une pompe 33 située entre ce réservoir 30 et la canalisation 17. Le réservoir
35 30 est muni d'un système d'agitation 31 et d'un système de maintien de

la température 50 composé d'un bain thermostaté 35 et d'une spire échangeuse 34.

Le système d'alimentation 1 en phase dispersée 40 comprend une alimentation 48 en gaz sous pression composée d'un réservoir 13 (bouteille sous pression, ou compresseur couplé à un vase d'expansion) et d'un détendeur 14. Le système 1 comprend également un réservoir 10 de phase dispersée 40, pressurisable, muni d'un système d'agitation 11, et monté sur un peson ou une balance 15. Le système 1 comprend enfin une vanne de sectionnement 12.

Le détendeur 14 permet de fixer la pression à laquelle est poussée la phase dispersée 40 au niveau du système d'alimentation 1.

Le peson ou une balance 15 sont utilisés pour contrôler la masse et le flux de phase dispersée 40 injectée dans le système d'alimentation 1.

15 - EXEMPLE D'APPLICATION -

Un mode de réalisation de l'invention est maintenant décrit à titre d'exemple non limitatif.

Le module actif utilisé correspond à celui représenté sur la figure 3 avec un mode de réalisation identique à celui de la figure 6.

Le module actif peut être avantageusement un module de filtration tangentielle monocanal adapté à l'application, utilisant des corps poreux en céramique hydrophile de diamètre de pore 0,1 μm et 0,8 μm . Un corps poreux cylindrique creux de longueur entre 20 et 30 mm et de rayon extérieur entre 10 et 15 mm et de rayon intérieur entre 7 et 12 mm sera utilisé.

L'exemple de réalisation concerne la fabrication d'une émulsion 41 de type huile dans l'eau, composée par exemple de 10 % d'huile de soja, 0,5 % d'émulsifiant Tween 20 (marque déposée) et 89,5 % d'eau.

Un mélange de 4,8 % de Tween 20 et 95,2 % d'huile est réalisé dans le réservoir 10 sous agitation. Puis une quantité d'eau X est mise en circulation à partir du réservoir 30. Une fois la vanne 12 fermée, le détendeur 14 est réglé sur une pression entre 0,1 et 5 bars. Les transducteurs 29 et 29' sont alimentés indépendamment avec la source de courant alternatif 4 (composée de deux sources séparées) avec des signaux de puissances comprises entre 0 W et 2 kW et de deux

fréquences dont une est comprise entre 14 et 16 kHz et la deuxième entre 18 et 22 kHz. Puis la vanne 12 est ouverte et refermée lorsque la quantité de mélange huile + émulsifiant atteint 0,1173X. Durant toute l'opération, la température est maintenue autour d'une température de consigne
5 comprise entre 15 et 25°C.

Afin de vérifier l'apport des vibrations dans l'effet technique recherché, la même expérience est réalisée sans vibration. Puis les répartitions volumiques des tailles de gouttes des émulsions obtenues avec ou sans vibrations sont mesurées par un granulomètre à diffraction
10 laser Malvern (marque déposée). Les résultats des mesures pour un corps poreux 24 de taille de pores de 0,8 µm avec et sans vibrations générées par une puissance de 50 W sont illustrés sur la figure 10, diagramme présentant le pourcentage volumique des populations de gouttes en fonction de leur taille (en échelle logarithmique). La répartition des
15 populations est représentée par un trait interrompu pour l'essai sans vibration et avec un trait continu pour l'essai avec vibrations. On constate dans chaque cas la présence de plusieurs populations de gouttes, identifiées par plusieurs pics. La présence de ces mêmes populations de gouttes a été confirmée par des images prises avec un microscope
20 électronique (images non représentées).

Une grande proportion de population de taille élevée est observée dans le cas où aucune vibration n'est appliquée (plus de 15 % volumique) et semble être due au phénomène de coalescence. En outre une nette diminution de cette proportion est observée (environ 12 %
25 volumique) avec l'utilisation de vibrations. Ainsi l'utilisation des vibrations semble inhiber la coalescence. On constate aussi un décalage des pics vers des valeurs de taille plus faible (de 30 µm pour les essais sans vibration et 10 µm pour les essais avec vibrations) ce qui semble indiquer que les vibrations facilitent la formation et l'arrachement des
30 gouttes. Il semble également que les vibrations facilitent le flux de phase dispersée à travers le corps poreux 24 car des écarts de 10 % ont été constatés lors des essais. Ces hypothèses ne doivent, néanmoins, aucunement être considérées comme limitatives de l'invention.

En outre avec une puissance électrique de 200 W et un corps
35 poreux 24 de diamètre de pore de 0,1 µm, une émulsion 41 dont la taille de goutte est inférieure à 300 nm est obtenue (résultats non représentés).

Il peut être intéressant d'appliquer cet exemple notamment à la fabrication de produits cosmétiques, dermo-pharmaceutiques ou pharmaceutiques.

Dans la description détaillée des dessins qui précède, l'on aura distingué trois systèmes de mise en vibration du corps poreux : par excitation mécanique 251, électrique 151 ou magnétique 51. Ces divers systèmes 51, 151 et 251 sont susceptibles d'être couplés pour un effet optimal. Il faut également noter que, dans le cas des excitations magnétiques et électriques, les deux principes ont été distingués. Cependant la génération d'un champ magnétique oscillant entraîne selon les équations de Maxwell la génération d'un champ électrique oscillant (et inversement), couplant de fait les deux effets.

Les vibrations de la surface de sortie du corps poreux 24 agissent dans cette invention, libérant une énergie mécanique de rupture directement à l'interface des phases dispersée 40 et dispersante 44, permettant d'éviter la formation de grosses gouttes et générant la formation de fines gouttes de phase dispersée 40 dans la phase dispersante 44 à la base de l'émulsion 41.

Le système permet ainsi de transmettre à l'interface des deux phases 40 et 44 une énergie importante ; la transmission se faisant par un solide (le corps poreux 24) et non par les fluides. Il semble que dans ces conditions les phénomènes de coalescence soient inhibés, et le mécanisme de formation et d'arrachement des gouttes accéléré. Cette hypothèse ne doit, néanmoins, aucunement être considérée comme limitative de l'invention.

Le choix du mode de mise en vibration impose des propriétés magnétostrictives, piézoélectriques ou électrostrictives au corps poreux. D'autres propriétés, géométriques, mécaniques, physico-chimiques, chimiques sont déterminées par l'application.

La forme générale du corps poreux 24 doit permettre d'optimiser la surface au travers de laquelle passe la phase dispersée 40 tout en facilitant la transmission ou la génération de vibrations. L'une de ces formes, le cylindre creux (on reprend alors le principe de montage de membrane de filtration tangentielle), est celle qui a été présentée précédemment. On peut citer également à titre d'exemple un cylindre plein placé dans une canalisation la phase dispersée s'écoulant selon

l'axe du cylindre, ou encore un bouchon fixé dans une canalisation, et dont la surface de sortie affleure la surface intérieure d'une cuve agitée. La porosité, la taille de pores et l'épaisseur du corps poreux 24 déterminent le volume efficace, et la durée de l'action mécanique. La
5 résistance mécanique et l'élasticité jouent sur l'amplitude des vibrations et donc l'intensité de l'action mécanique. Le caractère hydrophile / hydrophobe peut modifier sensiblement les trajets du fluide au travers du corps mais également l'interface corps poreux 24 // phase dispersée 40 // phase dispersante 44 (angle de contact). On choisit alors
10 avantageusement un corps 24 ayant une bonne affinité avec la phase dispersante 44 afin de favoriser le décollement des gouttes de phase dispersée 40. Il faut également que les matériaux choisis soient compatibles avec les produits utilisés. En utilisant un corps non perméable aux micro-ondes il est impossible de chauffer ce corps et
15 d'ajouter à l'effet mécanique un effet thermique.

De façon générale on note que le corps poreux 24 n'est pas nécessairement homogène. A titre d'exemple on peut choisir un corps poreux 24 dont seule la couche au contact de la phase dispersante 44 possède une porosité adaptée, le reste du corps 24 servant de support à
20 cette couche. De même, pour garantir l'étanchéité nécessaire au passage imposé de la phase dispersée 40 à travers le corps poreux 24, une partie du corps 24 située à ses extrémités 43 peut être non poreuse. Ainsi on définit les propriétés du corps poreux 24 et par suite sa composition et son traitement, en fonction de l'application.

25 Bien que l'invention ait été décrite en relation avec plusieurs modes de réalisation particuliers, il est bien évident qu'elle n'y est nullement limitée et qu'elle comprend tous les équivalents techniques des moyens décrits ainsi que leurs combinaisons si celles-ci entrent dans le cadre de l'invention.

REVENDICATION

1) Procédé de fabrication d'une dispersion ou d'une émulsion (41) à partir d'au moins deux fluides réputés non miscibles, lesdits fluides constituant une phase dispersée (40) et une phase dispersante (44), ladite phase dispersée (40) étant poussée à travers un corps poreux (24) dans la phase dispersante (44), caractérisé en ce que ledit corps poreux (24) est mis en vibration par une excitation de nature mécanique, électrique ou magnétique.

2) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la phase dispersante (44) circule à la surface de sortie du corps poreux (24).

3) Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'on fait re-circuler l'émulsion (41) dans le corps poreux (24) qui se charge en phase dispersée (40) au cours du processus.

4) Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les fréquences et/ou la puissance des vibrations sont contrôlées.

5) Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on ajoute un émulsifiant dans au moins l'une des deux phases (40, 44).

6) Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la phase dispersée (40) est poussée à travers le corps poreux (24) dans des conditions de température, de pression, de débit, de composition et d'agitation contrôlées.

7) Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la phase dispersante (44) circule à la surface du corps poreux (24) dans des conditions de température, de pression, de débit, de composition, et d'agitation contrôlées.

8) Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on superpose à l'excitation aux fréquences générant les vibrations du corps poreux, une onde dans les fréquences des micro-ondes entraînant l'échauffement du corps poreux (24).

9) Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il consiste à utiliser ladite dispersion ou émulsion (41) pour fabriquer des produits cosmétiques, dermo-pharmaceutiques ou pharmaceutiques.

10) Dispositif pour la fabrication d'une dispersion ou d'une émulsion (41) à partir d'au moins un fluide, comprenant au moins :

- un corps poreux (24) ayant une partie poreuse (42) au travers de laquelle est apte à être poussée ledit fluide (40), ledit corps poreux (24) ayant une cavité dite interne (22),

- une enveloppe (23) entourant de manière étanche au moins ladite partie poreuse (42) de façon à définir une cavité dite externe (21) dans laquelle débouche ladite partie poreuse (42), ledit fluide (40) étant apte à être amené dans ladite cavité externe (21),

caractérisé en ce qu'il comporte un système de mise en vibration (51, 151, 251) du corps poreux (24) pour appliquer directement des vibrations au corps poreux (24).

11) Dispositif selon la revendication 10, caractérisé en ce qu'il comprend un système d'alimentation (1) dudit fluide (40) capable de fournir ledit fluide (40) dans la cavité externe (21) dans des conditions de température, de pression, de débit, de composition et d'agitation contrôlées.

12) Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10 ou 11, caractérisé en ce qu'il comprend un système d'alimentation (8) d'un autre fluide (44) capable de fournir cet autre fluide (44) dans ladite cavité interne (22) dans des conditions de température, de pression, de débit, de composition et d'agitation contrôlées.

13) Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10, 11 ou 12, caractérisé en ce qu'il comprend un système de soutirage (3) permettant l'évacuation, et le stockage ou la transmission de l'émulsion ou de la dispersion (41) vers un autre système ou encore la re-circulation de l'émulsion ou de la dispersion (41).

14) Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10 à 13, caractérisé en ce que le système de mise en vibration (51) du corps poreux (24) est constitué d'un bobinage (27) relié à une source de courant alternatif (4) entourant l'enveloppe (23) perméable aux ondes magnétiques générées par le bobinage (27), le corps poreux (24) étant réalisé en matériau magnétostrictif.

15) Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10 à 13, caractérisé en ce que le système de mise en vibration (151) du corps poreux (24) est constitué d'une tige conductrice (28) disposée

coaxialement au corps poreux (24), d'une enveloppe (23) conductrice, ladite tige conductrice (28) et ladite enveloppe (23) étant reliées à une source de courant alternatif (4), le corps poreux (24) étant constitué d'un matériau piézoélectrique.

5 16) Dispositif selon la revendication 15, caractérisé en ce que la tige conductrice (28) et/ou la surface du corps poreux (24) sont recouvertes d'un isolant (45 ;47).

10 17) Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10 à 13, caractérisé en ce que le système de mise en vibration (251) du corps poreux (24) est constitué de deux transducteurs (29, 29') fixés aux extrémités (43) du corps poreux (24) et reliés à une source de courant alternatif (4), lesdits transducteurs (29, 29') étant constitués d'un matériau piézoélectrique.

15 18) Dispositif selon la revendication 17, caractérisé en ce que chaque transducteur (290, 290') comporte un moyen de support (291) fixé à l'enveloppe (23), ledit moyen de support (291) comportant un évidement (52) dans lequel est positionnée une extrémité (43) du corps poreux (24), ledit moyen de support (291) comportant au moins une
20 paire de trous radiaux (293a, 293b), chaque paire contenant un élément piézoélectrique (294) dans un trou et un moyen élastique de sollicitation (295) dans l'autre trou de la même paire (293a, 293b) pour maintenir l'élément piézoélectrique (294) en appui contre le corps poreux (24), les trous d'une même paire (293a, 293b) étant diamétralement opposés.

25 19) Dispositif selon la revendication 18, caractérisé en ce que le moyen de support (291) comporte deux paires de trous (293a, 293b), les deux paires de trous (293a, 293b) étant disposés dans des directions perpendiculaires, et en ce que les deux éléments piézoélectriques (294) sont alimentés par des signaux décalés d'un quart de période l'un par rapport à l'autre, et en association avec les ressorts de précontrainte
30 (295), engendrent un déplacement du corps poreux (24) selon une trajectoire globalement circulaire.

1/4

Fig. 1

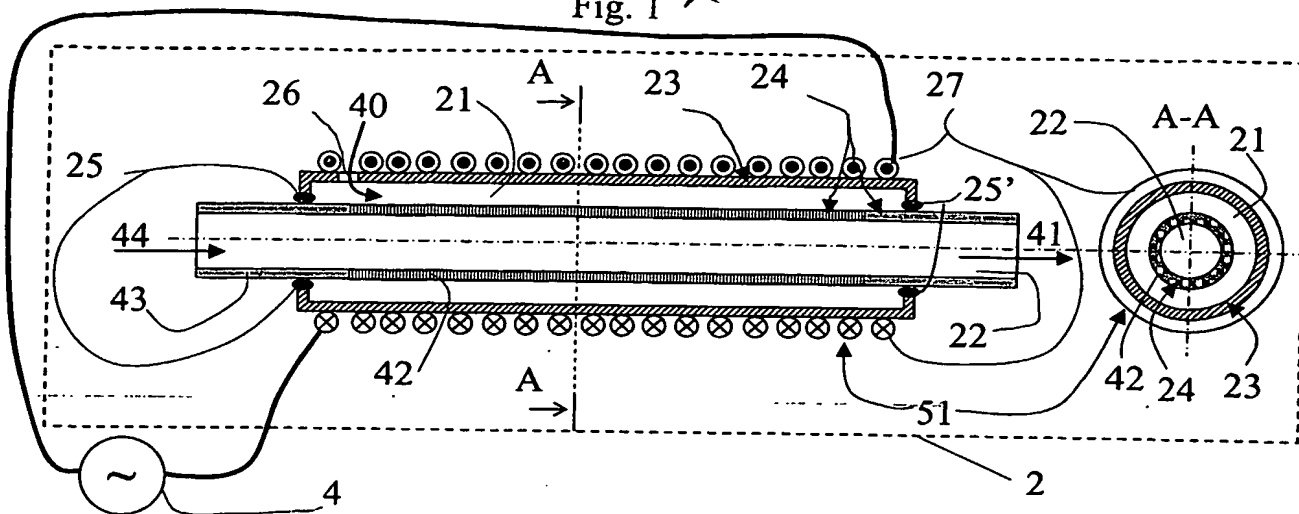


Fig. 2

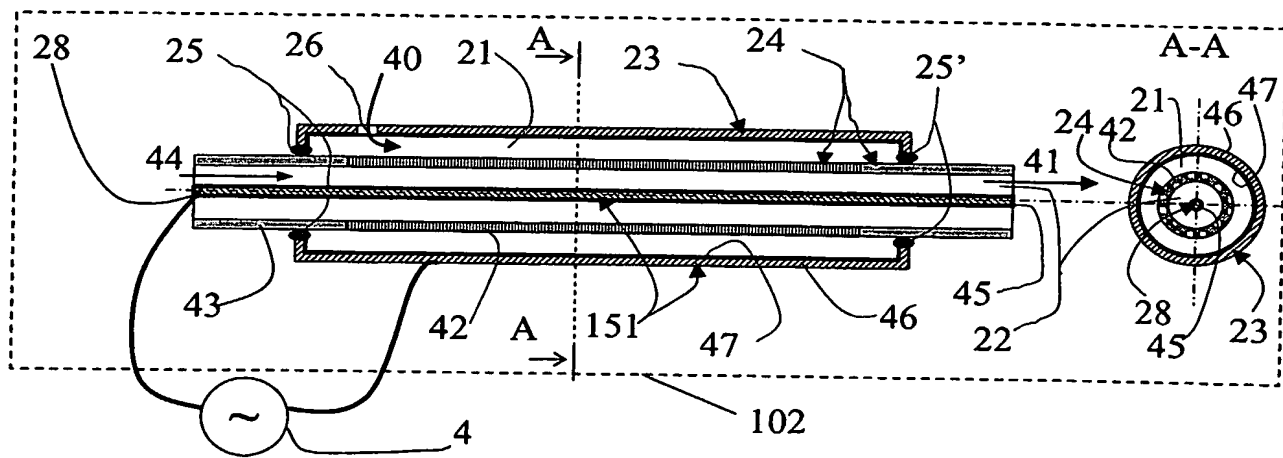
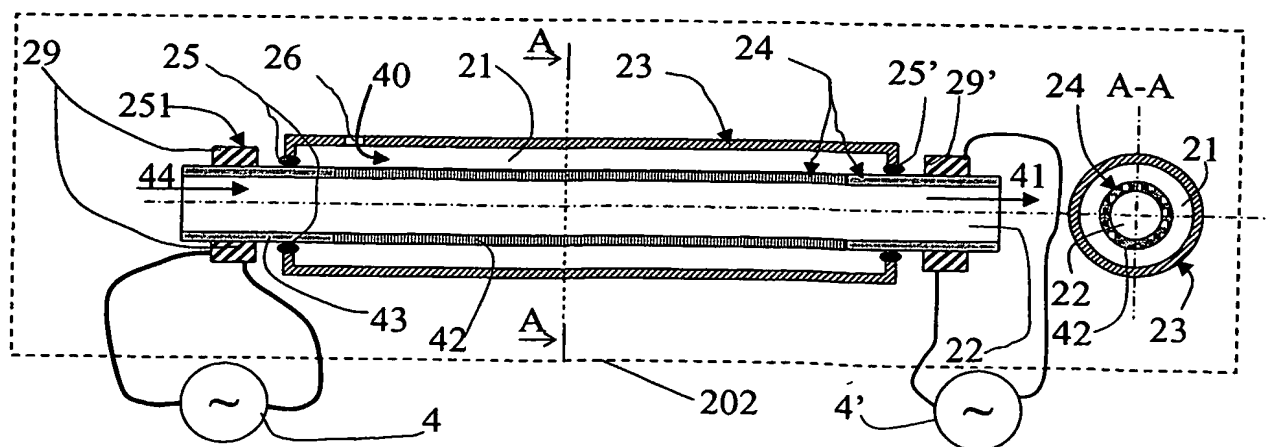
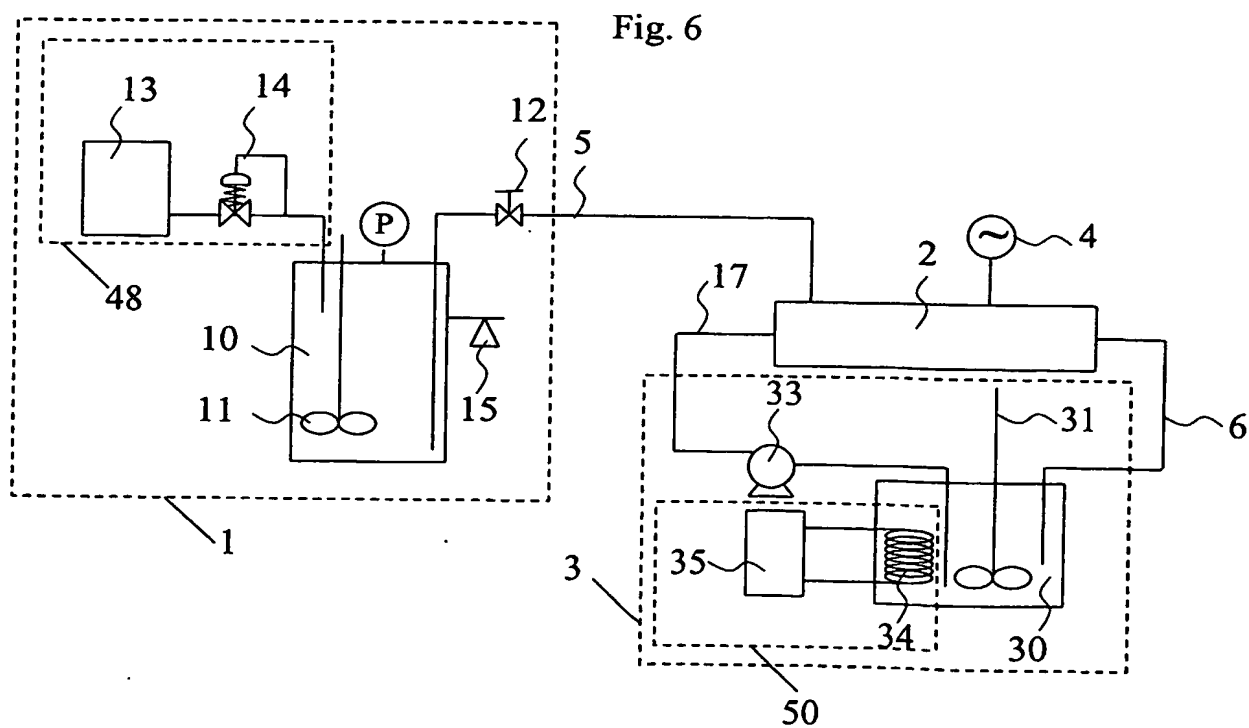
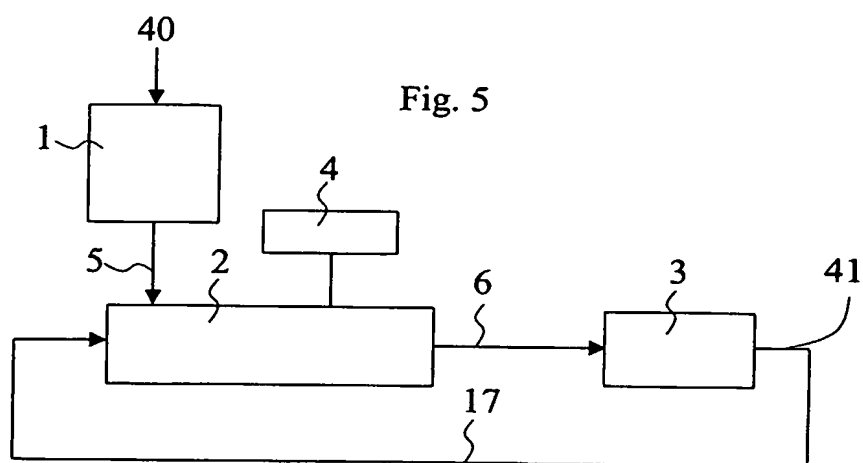
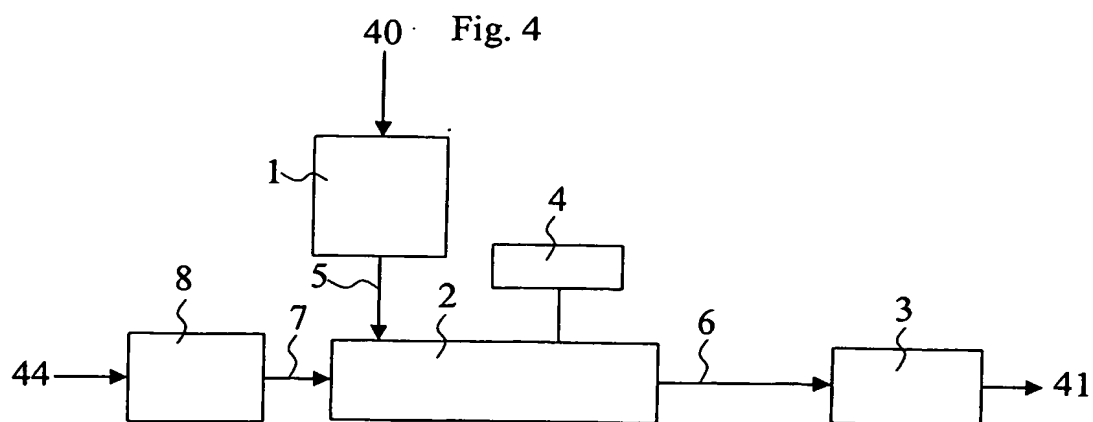


Fig. 3





3/4

Fig. 7

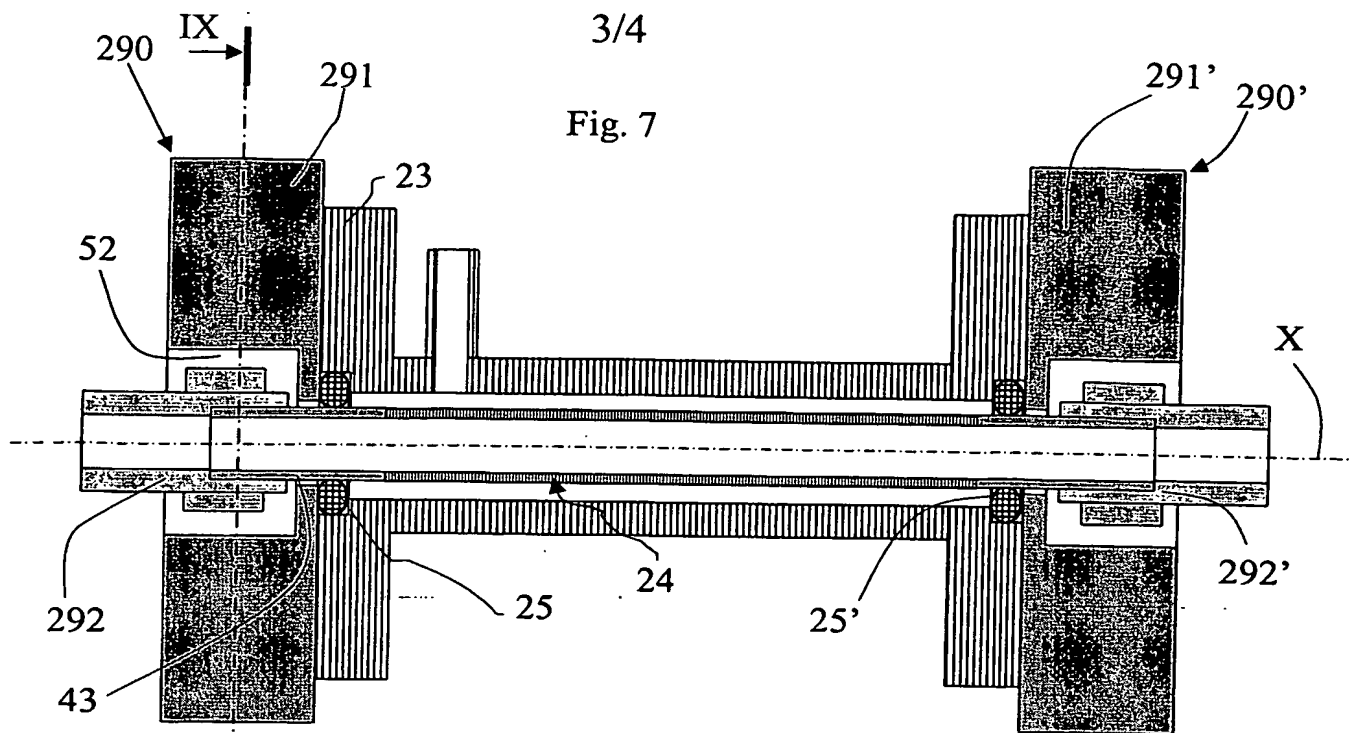


Fig. 8

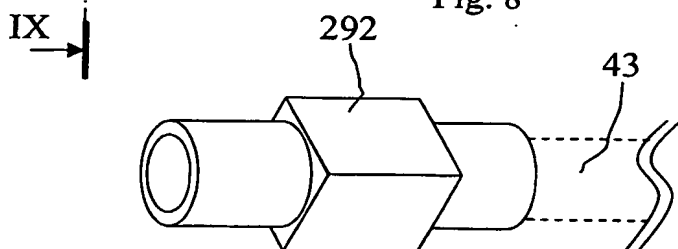
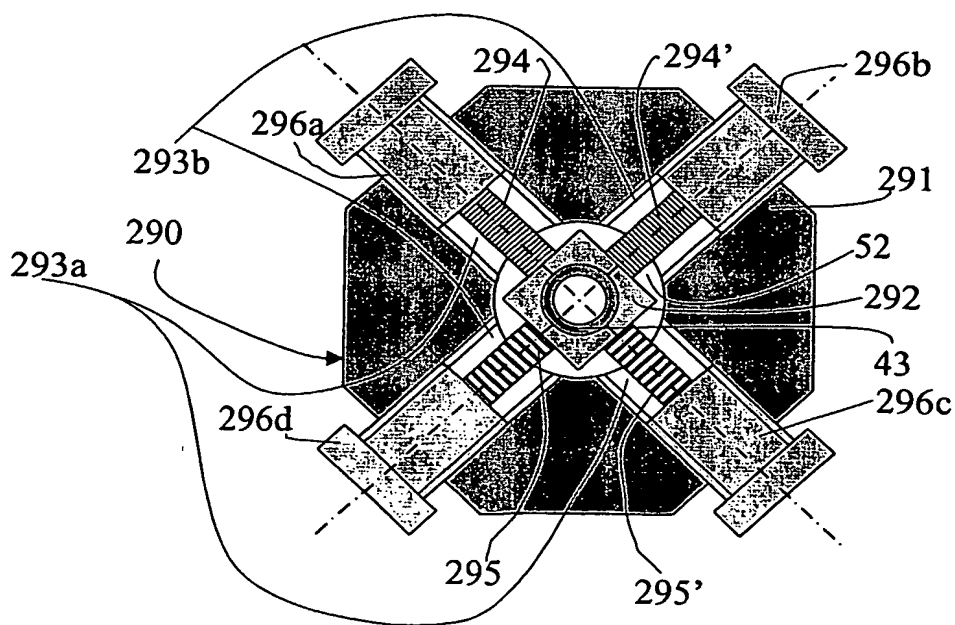
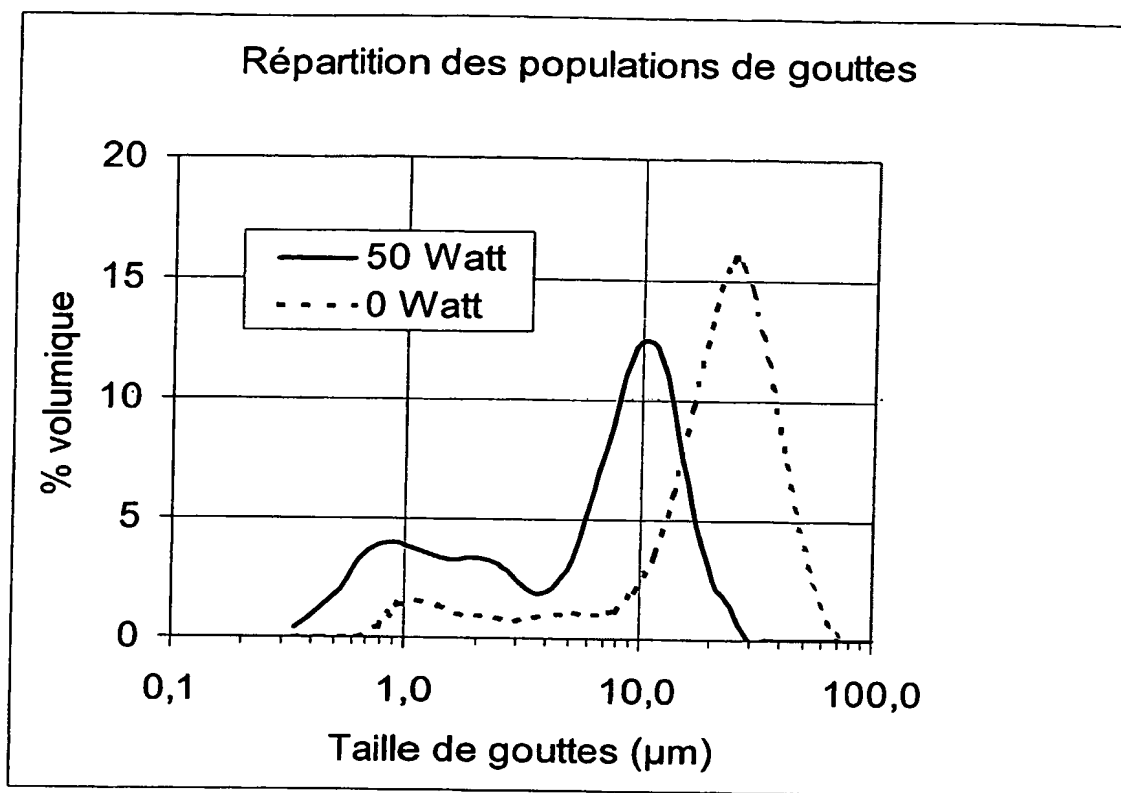


Fig. 9



4/4

Fig. 10



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int'l Application No

PCT 03/03035

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 B01F11/02 B01F3/08 B01F11/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 B01F B01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 0145, no. 13 (C-0777), 9 November 1990 (1990-11-09) & JP 02 214537 A (FUJI DEBUISON KAGAKU KK), 27 August 1990 (1990-08-27) cited in the application abstract	1, 10
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1996, no. 01, 31 January 1996 (1996-01-31) & JP 07 232045 A (REIKA KOGYO KK), 5 September 1995 (1995-09-05) abstract	1, 10
A	FR 953 482 A (R.-CH. PROUST) 7 December 1949 (1949-12-07) the whole document	1, 10
-/--		



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

E earlier document but published on or after the international filing date

L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

& document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

23 February 2004

Date of mailing of the international search report

03/03/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Cordero Alvarez, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int'l Application No

PCT/JP 03/03035

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 4 253 962 A (J.R.THOMPSON) 3 March 1981 (1981-03-03) claim 1; figures 1,2 -----	1
A	US 5 476 744 A (M.ANNO) 19 December 1995 (1995-12-19) claim 1; figures 1-3 -----	1
A	US 5 326 484 A (T.NAKASHIMA ET AL) 5 July 1994 (1994-07-05) claims -----	1

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 02214537	A	27-08-1990	JP 2847107 B2	13-01-1999
JP 07232045	A	05-09-1995	NONE	
FR 953482	A	07-12-1949	NONE	
US 4253962	A	03-03-1981	NONE	
US 5476744	A	19-12-1995	JP 3123153 B2	09-01-2001
			JP 5134455 A	28-05-1993
US 5326484	A	05-07-1994	WO 9300156 A1	07-01-1993
			EP 0546174 A1	16-06-1993
			JP 2733729 B2	30-03-1998
			JP 5220382 A	31-08-1993
			DE 69128087 D1	04-12-1997
			DE 69128087 T2	10-06-1998

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

De la Recherche Internationale No

PCT 03/03035

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 B01F11/02 B01F3/08 B01F11/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 B01F B01J

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 0145, no. 13 (C-0777), 9 novembre 1990 (1990-11-09) & JP 02 214537 A (FUJI DEBUISON KAGAKU KK), 27 août 1990 (1990-08-27) cité dans la demande abrégé	1, 10
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1996, no. 01, 31 janvier 1996 (1996-01-31) & JP 07 232045 A (REIKA KOGYO KK), 5 septembre 1995 (1995-09-05) abrégé	1, 10
A	FR 953 482 A (R.-CH. PROUST) 7 décembre 1949 (1949-12-07) le document en entier	1, 10
-/-		

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

X document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Y document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

Z document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

23 février 2004

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

03/03/2004

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Cordero Alvarez, M

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

De l'Union internationale No
PCT 03/03035

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US 4 253 962 A (J.R.THOMPSON) 3 mars 1981 (1981-03-03) revendication 1; figures 1,2 -----	1
A	US 5 476 744 A (M.ANNO) 19 décembre 1995 (1995-12-19) revendication 1; figures 1-3 -----	1
A	US 5 326 484 A (T.NAKASHIMA ET AL) 5 juillet 1994 (1994-07-05) revendications -----	1

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Dq de Internationale No

PCT 03/03035

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP 02214537 A	27-08-1990	JP 2847107 B2	13-01-1999
JP 07232045 A	05-09-1995	AUCUN	
FR 953482 A	07-12-1949	AUCUN	
US 4253962 A	03-03-1981	AUCUN	
US 5476744 A	19-12-1995	JP 3123153 B2 JP 5134455 A	09-01-2001 28-05-1993
US 5326484 A	05-07-1994	WO 9300156 A1 EP 0546174 A1 JP 2733729 B2 JP 5220382 A DE 69128087 D1 DE 69128087 T2	07-01-1993 16-06-1993 30-03-1998 31-08-1993 04-12-1997 10-06-1998

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.